



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 492 649 A2**



EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

② Anmeldenummer: **91122294.1**

② Int. Cl. **D06M 10/04, D06M 14 00**

② Anmeldetag: **27.12.91**

③ Priorität: **27.12.90 DE 4041932**
27.12.90 DE 4041931
12.01.91 DE 4100786
12.01.91 DE 4100785
12.01.91 DE 4100787

③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
01.07.92 Patentblatt 92/27

③ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL

③ Anmelder: **Amann & Söhne GmbH & Co.**
Postfach 9
W-7124 Bönnigheim(DE)

③ Erfinder: **Truckenmüller, Kurt**
Quellenstrasse 23
W-7100 Heilbronn(DE)
Erfinder: **Greifeneder, Karl**
Im Stahlbühl 2
W-7100 Heilbronn(DE)

④ Vertreter: **Fritzsche, Thomas M., Dr.**
Briennner Strasse 52
W-8000 München 2(DE)

④ Verfahren zur Veränderung der Eigenschaften eines textilen Substrates.

④ Es wird ein Verfahren zur Veränderung der Eigenschaften eines textilen Substrates beschrieben. Hierbei bringt man auf das textile Substrat mindestens einen Initiator, der durch eine physikalische Behandlung in Radikale und oder Ionen zerfällt, auf. Gleichzeitig und oder anschließend führt man die physikalische Behandlung durch und bringt die hierbei entstehende Radikale und oder Ionen mit dem textilen Substrat selbst, einer hierauf aufgetragenen Substanz und oder mit einem das textile Substrat umgebenden Gas zu Reaktion.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Änderung der Eigenschaften eines textilen Substrates.

Um die Eigenschaften eines textilen Substrates, beispielsweise einer Faser, eines Nähgarnes, eines Flächengebildes, eines Verbundwerkstoffes o. dgl., zu verändern, bestehen mehrere Möglichkeiten. Handelt es sich bei dem textilen Substrat um ein synthetisches Polymeres, so kann schon bei der Herstellung des Polymeren die gewünschte Veränderung durch eine chemische Modifizierung der das Polymere bildenden Bausteine herbeigeführt werden. Die so hergestellten Fasern werden dann als modifizierte Fasern bezeichnet.

Durch physikalische oder chemische Behandlungen im Rahmen der Veredelung von textilen Substraten können ebenfalls deren Eigenschaften verändert werden. So lassen sich beispielsweise durch eine Chlorierung von Wollesubstraten die Filzneigung und das Schrumpfverhalten der Wollflächengebilde verringern. Bei Baumwollartikeln können die Endeigenschaften, wie beispielsweise das Bügel- oder Waschverhalten, dadurch verbessert werden, daß man auf die Baumwollartikel eine geeignete Ausrüstung appliziert. Bei synthetischen Garnen oder synthetischen Flächengebildern können durch thermische Behandlungen die Schrumpfeigenschaften dieser Substrate erheblich verändert werden.

Die zuvor beschriebenen bekannten Verfahren weisen jedoch den Nachteil auf, daß sie einerseits nur sehr aufwendig durchzuführen sind und andererseits nur eine graduelle Veränderung der Eigenschaften der so behandelten textilen Substrate bewirken.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der angegebenen Art zur Verfügung zu stellen, mit dem die Eigenschaften von textilen Substraten in einfacher Weise besonders vielfältig verändert werden können.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren mit den kennzeichnenden Merkmalen des Patentanspruchs 1 gelöst.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Veränderung der Eigenschaften eines textilen Substrates sieht vor, daß man auf das textile Substrat mindestens einen Initiator aufbringt. Gleichzeitig und/oder anschließend führt man eine physikalische Behandlung durch, die bewirkt, daß der zuvor aufgetragene Initiator durch diese physikalische Behandlung in Radikale und/oder Ionen zerfällt. Die hierbei entstehenden Radikale und/oder Ionen bringt man dann mit dem textilen Substrat selbst, eine hierauf aufgetragene Substanz und/oder mit mindestens einem das textile Substrat umgebenden Gas zur Reaktion.

Das zuvor beschriebene erfindungsgemäße Verfahren weist eine Reihe von Vorteilen auf. So ist zunächst festzuhalten, daß das erfindungsgemäße Verfahren in besonders einfacher Weise eine chemische und/oder physikalische Veränderung des nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelten textilen Substrates ermöglicht. Dies hängt damit zusammen, daß im einfachsten Fall lediglich der Initiator auf das textile Substrat aufgetragen wird und hiernach die physikalische Behandlung, die zur Erzeugung von Radikalen und/oder Ionen aus dem Initiator dient, durchgeführt werden muß, um so zu bewirken, daß das textile Substrat mit sich selbst oder mit mindestens einem, das textile Substrat umgebenden Gas zu reagieren. Diese Reaktion führt dann dazu, daß an den Stellen, an denen der Initiator auf das textile Substrat aufgetragen ist, beispielsweise Vernetzungsreaktionen der das textile Substrat bildenden Faserpolymere untereinander ablaufen. Hierdurch entstehen dann chemisch vernetzte Faserpolymere, die naturgemäß in ihren Eigenschaften beispielsweise in ihrer Festigkeit, ihrer Hydrophilie, ihrer Hydrophobie oder ihrer Benetzungsbereit mit Wasser, völlig unterschiedlich sind von den entsprechenden Eigenschaften der Ausgangspolymeren. Ist dann bei einem derartigen Verfahren noch ein Gas, beispielsweise ein reaktionsfähiges Gas, anwesend, so bilden sich an den Stellen, an denen der Initiator aufgrund der physikalischen Behandlung zerfällt, reaktive Gruppen an und/oder im Faserpolymeren aus, die dann für weiterführende Reaktionen, beispielsweise der chemischen Anbindung einer Ausrüstung oder eines Farbstoffes, verwendet werden können.

Wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die physikalische Behandlung des textilen Substrates derart durchgeführt, daß zuvor auf das textile Substrat eine Substanz, beispielsweise eine oligomerisierbare oder polymerisierbare Substanz, aufgetragen ist, so bewirkt das erfindungsgemäße Verfahren, daß diese Substanz aufgrund der Ausbildung der Radikale und/oder Ionen selbst oligomerisiert bzw. polymerisiert und/oder daß diese Substanz an das Faserpolymeren chemisch und/oder physikalisch angebunden wird.

Eine geeignete Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß das erfindungsgemäße Verfahren in Gegenwart eines Gases durchgeführt wird. Hierbei richtet sich die Auswahl des Gases bei dem erfindungsgemäßen Verfahren danach, welche Effekte durch das erfindungsgemäße Verfahren erreicht werden sollen. Ist es beispielsweise erwünscht, daß das erfindungsgemäße Verfahren ein Vernetzen der Faserpolymere, beispielsweise der Filamente eines Garnes, die das textile Substrat bilden, bewirken soll, so führt man die physikalische Behandlung, durch die sich aus dem Initiator die Radikale und/oder Ionen ausbilden, vorzugsweise in eine Inertgas oder einem Inertgasgemisch, beispielsweise aus einem

Edelgas und oder Stickstoff, durch. Durch Anwendung des Inertgases wird dann in der Regel verhindert, daß sich am Faserpolymer reaktive Gruppen ausbilden. Sollen hingegen durch das erfindungsgemäße Verfahren reaktive Gruppen in den Bereichen des Faserpolymeren, in denen der Initiator zuvor aufgetragen wurde, erzeugt werden, so werden hierfür vorzugsweise reaktionsfähige Gase eingesetzt, wie insbesondere O₂, N₂O, O₃, CO, NH₃, SO₂, SiCl₄, CCl₄, CF₃Cl, CF₃, SF₆, CO und oder H₂. Hierbei reagieren diese Gase, die als Einzelgase oder Gasgemische eingesetzt werden, entweder direkt unter Ausbildung der entsprechenden funktionellen Gruppen mit den bei der physikalischen Behandlung durch den Zerfall des Initiators erzeugten Radikalen bzw. Ionen, oder das entsprechend an das Faserpolymer chemisch gebundene Gas kann dann durch eine geeignete Nachbehandlung, so z.B. mit Wasser, Säuren oder Laugen, in die entsprechenden reaktiven (funktionellen) Gruppen umgewandelt werden.

Die Anzahl der Vernetzungspunkte bzw. der durch das erfindungsgemäße Verfahren erzeugten reaktiven Gruppen kann durch die Menge des aufgetragenen Initiators variiert werden.

Des Weiteren besteht zusätzlich bei den Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens, die zu reaktiven Gruppen am Faserpolymeren führen, die Möglichkeit, die Menge der funktionellen (reaktiven) Gruppen zu steuern, daß man die Konzentration der zuvor genannten reaktionsfähigen Gase bei der physikalischen Behandlung variiert. Im einfachsten Fall wird dies dadurch erreicht, daß man die zuvor genannten reaktionsfähigen Gase mit einem geeigneten Inertgas, beispielsweise einem Edelgas, einem Edelgasgemisch und oder Stickstoff, verdünnt.

Die zuvor beschriebene Ausbildung der funktionellen Gruppen der das textile Substrat bildenden Faserpolymeren bewirkt dann, daß abhängig von der Art der jeweiligen funktionellen Gruppe ein derartig behandeltes Material, insbesondere ein Polyestermaterial, besonders einfach mit kationischen oder anionischen Farbstoffen oder Reaktivfarbstoffen farbbar bzw. bedruckbar ist. So konnte beispielsweise festgestellt werden, daß durch Einführung derartiger funktioneller Gruppen, die recht schwer und aufwendig anfärbbaren Aramidfasern oder Polyalkylenfasern, insbesondere Polypropylenfasern, nach einer entsprechenden Behandlung einfach und problemlos mit ionischen Farbstoffen oder Reaktivfarbstoffen anfärbar waren. Weiterhin konnte festgestellt werden, daß Ausrüstungen, die über entsprechende korrespondierende funktionelle Gruppen verfügen, chemisch (kovalent oder ionische Bindung) die zuvor durch Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens hergestellten funktionellen Gruppen des Faserpolymeren angebunden werden konnten. Dies führt dann dazu, daß derartige Ausrüstungen dauerhaft und beständig an dem jeweiligen textilen Substrat fixiert sind, so daß auch beim späteren Gebrauch diese Ausrüstungen dauerhaft dem textilen Substrat die gewünschten Eigenschaftsänderungen verleihen. Bei Nähgarne kann festgestellt werden, daß ein derartig ausgerüstetes Nähgarn, bei dem die Ausrüstung chemisch ans Faserpolymer gebunden war, im Vergleich zu einem Nähgarn, bei dem die gleiche Ausrüstung chemisch nicht am Faserpolymeren angebunden war, ein wesentlich besseres Nähverhalten besitzen.

Eine andere Ausführungsvariante des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Erzeugung einer Ausrüstung auf dem textilen Substrat sieht vor, daß die physikalische Behandlung zur Zerstörung des Initiators in Gegenwart einer Substanz durchgeführt wird. Dies wiederum führt dazu, daß entweder die Substanz über die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren entstehenden Radikale und oder Ionen an das Faserpolymer angebunden wird, die Substanz mit sich selbst oligomerisiert oder polymerisiert, ohne daß hierbei eine Anbindung ans Faserpolymer auftritt, oder daß die Substanz sowohl ans Faserpolymer angebunden wird als auch mit sich selbst oligomerisiert bzw. polymerisiert. Vorzugsweise wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eine Substanz ausgewählt, die radikalisch und oder ionisch oligomerisierbar bzw. radikalisch und oder ionisch polymerisierbar ist.

Die Auswahl der jeweils verwendeten oligomerisierbaren bzw. polymerisierbaren Substanzen richtet sich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren nach der jeweils gewünschten Eigenschaftsveränderung.

So sieht eine erste Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens vor, daß hier eine Substanz eingesetzt wird, die oligomerisierbare bzw. polymerisierbare Kohlenwasserstoffe bzw. Kohlenwasserstoffderivate umfaßt. Hierunter fallen beispielsweise Alkylene, insbesondere Ethylen, Propylen, Isobutylen, Butadien, Isoprime, Methylstyrole, Xylylene sowie Halogenderivate der zuvor genannten Verbindungen, insbesondere Vinylchlorid, Vinylidenechlorid, Tetrafluorethylene, Trifluorethylene, Vinylfluorid, Vinylidenfluorid, Pentafuorstyrol, 2,2,3,3-Tetrafluorpropylmethacrylat, und oder Mischungen der zuvor genannten Verbindungen sowie insbesondere Mischungen aus Tetrafluorethylen Perfluorpropylen, Tetrafluorethylen Perfluoralkylvinylether, Tetrafluorethylen Ethylen, Trifluorchloreythylen Ethylen und Hexafluorisobutylen Vinylidenfluorid.

Zusätzlich oder anstelle der zuvor genannten Substanzen können bei dem erfindungsgemäßen Verfahren abhängig von den jeweils gewünschten Veränderungen der Eigenschaften auch solche Substanzen ausgewählt werden, die oligomerisierbare oder polymerisierbare Acrylsäure, Acrylsäuredervivate und oder Salze dieser Verbindungen umfassen. Hier sind insbesondere Methacrylate, Ethylacrylate, n-Butylacrylat,

Iso-Butylacrylate, tert.-Butylacrylate, Hexylacrylate, 2-Ethylhexylacrylate und Laurylacrylate zu nennen. Ferner können diese Acrylate mit geeigneten Verbindungen, wie beispielsweise Methylmethacrylate, Ethylenmethacrylate, n-Butylnethacrylate, Acrylnitril, Styrol, 1,3-Butadien, Vinylacetat, Vinylpropionat, Vinylchlorid, Vinylidenchlorid, Vinylfluorid und oder Vinylidenfluorid vermischt werden. Weiter kommen als 5 Acrylsäurederivate die Acrylsäure, Methacrylsäure, Acrylamid, Acrylnitril, Methacrylamid und oder Salze der zuvor genannten beiden Säuren in Frage.

Ist bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zusätzlich eine dreidimensionale Vernetzung der auf das textile Substrat aufgetragenen Substanz erwünscht so werden den zuvor genannten oligomerisierbaren bzw. polymerisierbaren Substanzen solche Produkte zugesetzt, die zusätzlich noch freie funktionelle 10 Gruppen aufweisen. Insbesondere eignen sich hierfür carboxylgruppenhaltige Monomere, wie insbesondere Maleinsäure und oder Itaconsäure.

hydroxylgruppenhaltige Monomere, wie insbesondere 2-Hydroxyethylacrylat, 2-Hydroxyethylmethacrylat, Hydroxycaprylgruppenhaltige Monomere, wie insbesondere N-Hydroxymethylgruppenhaltige Monomere, wie insbesondere N-Hydroxymethylacrylamid und oder N-Hydroxymethylmethacrylamid; und oder sulfosäurehaltige Monomere, insbesondere 2-Acrylamino-2-Methylpropansulfansäure. Als weitere, die Vernetzung ermöglichende Produkte sind entsprechende Ether, insbesondere Ethyldiglykolacrylat, Amine, insbesondere tert-Butylaminomethacrylat, Dimethylaminoethylacrylat, Diethylaminoethylmethacrylat und oder Diethylaminoethylacrylat; Epoxide, insbesondere Glycidylmethacrylat; und oder Halogen-Hydroxylgruppenhaltige Monomere, insbesondere 3-Chlor-2-Hydroxypropylacrylat, zu nennen. Selbstverständlich besteht jedoch auch die Möglichkeit, die zuvor genannten, funktionelle Gruppen aufweisende Produkte allein einzusetzen.

Weiterhin kommen bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zusätzlich zu den zuvor genannten Substanzen oder an Stelle der zuvor genannten Substanzen solche Produkte in Frage, die Styrol und oder Styrolderivate umfassen. Hier sind speziell neben den bereits erwähnten Styrol bzw. Methylstyrol insbesondere die Mischungen von Styrol und oder Methylstyrol mit Acrylnitril und oder von Styrol und oder Methylstyrol mit Butadien zu nennen.

Ebenso können bei dem erfindungsgemäßen Verfahren auch solche Substanzen ausgewählt werden, die siliciumorganische Verbindungen aufweisen. Hierbei handelt es sich dann vorzugsweise um Silicone, die am Siliciumatom entsprechend einer oder mehrere organische Reste aufweisen die radikalisch und oder 30 ionisch oligomerisierbar bzw. polymerisierbar sind. Hierfür kommen insbesondere solche organischen Reste in Frage, die endständige C-C-Doppelbindungen aufweisen.

Die Auftragsmenge der zuvor genannten Substanzen variiert abhängig von den gewünschten Veränderungen der Eigenschaften. Üblicherweise liegt bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Auftragsmenge der zuvor genannten Substanzen zwischen etwa 0.01 Gew.-% bis etwa 20 Gew.-%, insbesondere zwischen 35 0.5 Gew.-% bis 10 Gew.-% (Masse der oligomerisierbar bzw. polymerisierbaren Substanz : Masse des textilen Substrates)

Ist durch das erfindungsgemäße Verfahren eine Veränderung der Eigenschaften eines Nähgarnes beabsichtigt, das eine verbesserte Abriebfestigkeit gegenüber einer mechanischen Beanspruchung besitzen soll, so hat die Schichtdicke neben der Auswahl der ausgewählten Substanz einen entscheidenden Einfluß 40 auf die Beständigkeit des Nähgarnes gegenüber der mechanischen Beanspruchung bei der Verarbeitung. Insbesondere wird dann dabei die Auftragsmenge derart variiert, daß das fertig ausgerüstete Nähgarn auf seiner Oberfläche eine flüssige oder feste, nahezu vollständig oder vollständig durchgehende Substanzschicht aufweist, deren Dicke zwischen etwa 100 nm und 0.1 nm, insbesondere zwischen 20 nm und 2 nm, variiert.

45 Bezuglich der Auswahl des bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Initiators ist allgemein festzuhalten, daß hier grundsätzlich nur solche Initiatoren ausgewählt werden, die unter den jeweils ausgewählten Bedingungen der physikalischen Behandlung auch tatsächlich in Radiikale und oder Ionen zerfallen. Weiterhin ist als wichtiges Auswahlkriterium für den Initiator anzusehen, daß der durch die physikalische Behandlung herbeigeführte Zerfall des Initiators unter solchen Bedingungen abläuft, bei 50 denen die das textile Substrat bildenden Faserpolymere unverändert bleiben, so daß die gewünschte Eigenschaftsveränderungen nicht durch die physikalische Behandlung als solche sondern ausschließlich durch den Zerfall des Initiators und der sich hieran anschließenden Folgereaktionen herbeigeführt werden. Unter den Begriff Initiator fallen im Rahmen dieser Anmeldung auch Gemische, die mehrere Initiatoren enthalten.

55 Bevorzugte Initiatoren, die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren allein oder in Mischung eingesetzt werden, sind Initiatoren auf der Basis eines Persulfates, vorzugsweise Kaliumpersulfat oder Ammoniumpersulfat. Initiatoren auf der Basis eines Peroxids, insbesondere Dibenzoylperoxid, Cumolhydroperoxid, Cyclohexanperoxid, Di-tert-Butylperoxid, Cyclohexylsulfonylacetyleperoxid; Initiatoren auf der Basis einer Azover-

bondung, insbesondere Azodiisobuttersäuredinitril, und oder 4,4'-Azobis-(4-Cyanpentansäurechlorid). Ebenso können solche Initiatoren eingesetzt werden, die auf der Basis Benzpinakol, Diisopropylpercarbonat und oder Butylperoctoat aufgebaut sind.

Besonders geeignet ist es bei dem erfindungsgemäßen Verfahren, wenn hier als Initiator Redoxsysteme eingesetzt werden. Diese Redoxsysteme liefern bei der physikalischen Behandlung eine besonders hohe Ausbeute der hierdurch erzeugten Radikale bzw. Ionen. Insbesondere werden als Redoxsysteme Kaliumper-sulfat und oder Ammoniumpersulfat Natriumhyposulfit Wasserstoffperoxid Eisen-II-Sulfat, Cumolhydroperoxid PC-vitamin und oder Benzoylperoxid N-Dimethylamin eingestellt.

Eine weitere Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß man das textile Substrat vor und/oder bei dem Auftragen des Initiators durch Zugabe eines Quellmittels quillt. Derartige materialspezifische und dem Fachmann für das jeweilige Substrat insbesondere aus den Färbeverfahren bekannte Quellmittel, wie beispielsweise für celluloseartige Substrate Lauge oder für polyester- oder polyamidhaltige Substrate ammatische Kohlenwasserstoffe, bewirken, daß der Initiator nicht nur an der Oberfläche des Substrates adsorbieren wird, sondern auch insbesondere in die amorphen Bereiche des Substrates eindiffundieren kann, so daß die entsprechende Radikal- und/oder Ionen-Bildung auch im Faserinneren abläuft.

Um die zuvor beschriebene Adsorbition des Initiators an dem jeweiligen textilen Substrat vorzunehmen, bestehen zwei Möglichkeiten. Bei solchen Initiatoren, die ohne Zersetzung in den Gaszustand überführbar sind, kann die Aufbringung des Initiators auf das textile Substrat dadurch erfolgen, daß man das textile Substrat mit dem gasförmigen Initiator für eine vorgegebene Zeit anströmt bzw. durchströmt. Liegt das textile Substrat in Form eines Haufwerkes vor, so bietet es sich hierbei an, das textile Substrat für eine vorgegebene Zeit insbesondere zwischen zwei Minuten und dreißig Minuten, mit dem gasförmigen Initiator zu durchströmen.

Ist hingegen der jeweils ausgewählte Initiator nicht ohne Zersetzung in den gasförmigen Zustand zu überführen, so wird eine entsprechende Lösung, Dispersion oder Emulsion, vorzugsweise in Wasser oder in einem Lösungsmittel, insbesondere in einem niedrig siedenden Lösungsmittel, hergestellt. Anschließend wird diese Lösung, Dispersion oder Emulsion in üblicher Weise auf das textile Substrat aufgetragen, wobei für den Fall, daß das textile Substrat als Haufwerk verfügt, eine Durchströmung des Haufwerkes mit der Lösung, Dispersion bzw. Emulsion für die vorstehend genannte vorgegebene Zeit bevorzugt wird.

Die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Zersetzung des Initiators erforderliche physikalische Behandlung kann abhängig von dem eingesetzten Initiator eine thermische Behandlung, eine Bestrahlung mit Licht insbesondere mit UV-Licht, eine α , β oder γ Bestrahlung oder eine Behandlung in einem elektrischen Feld sein.

Eine besonders geeignete Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß die physikalische Behandlung eine Niedertemperatur-Plasmabehandlung ist. Allgemein richten sich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Bedingungen bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung, so z.B. der Druck, die Leistung, die Frequenz, die Verweilzeit, die Leistungsdichte und das eingesetzte Gas bzw. die verwendete Substanz nach dem jeweils ausgewählten Initiator dem Material des jeweils zu behandelnden textilen Substrates und den gewünschten Eigenschaftsveränderungen.

Üblicherweise wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einem Vakuum zwischen 5 Pa und 500 Pa durchgeführt. Besonders gute Ergebnisse in bezug auf die Ausbeute erzielt man, wenn man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einem Vakuum zwischen 20 Pa und 300 Pa, vorzugsweise zwischen 70 Pa und 200 Pa, ausführt.

Eine weitere Ausführungsform des zuvor beschriebenen Verfahrens sieht vor, daß man bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung während einer ersten Behandlungsperiode ein Vakuum zwischen 5 Pa und 120 Pa, vorzugsweise zwischen etwa 20 Pa und 120 Pa, und während einer sich hieran anschließenden zweiten Behandlungsperiode ein Vakuum zwischen 80 Pa und 250 Pa, vorzugsweise zwischen 100 Pa und 200 Pa, einstellt. Hierdurch wird insbesondere bei der Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei der das textile Substrat als Wickelkörper bzw. Haufwerk aufgemacht und von einem reaktionsfähigen Gas oder einem Inertgas durchströmt wird, erreicht, daß der Wickelkörper bzw. das Haufwerk besonders gut und gleichmäßig mit dem Gas durchströmt wird, was folglich die Gleichmäßigkeit der Erzeugung der Radikale bzw. Ionen besonders sicherstellt. Insbesondere in den Fällen, in denen sich eine erste Behandlungsperiode unmittelbar an eine zweite Behandlungsperiode anschließt, und vor allen Dingen dann, wenn man die erste und zweite Behandlungsperiode mehrfach abwechselnd unmittelbar hintereinander wiederholt, wird der Wickelkörper bzw. das Haufwerk besonders gut durchströmt, so daß Ungleichmäßigkeiten über die Dicke des Wickelkörpers bzw. des Haufwerkes völlig ausgeschlossen sind.

Bei der zuvor beschriebenen Verfahrensweise, bei der zwei aufeinanderfolgende Behandlungsperioden bei einem unterschiedlichen Vakuum durchgeführt werden, kann man den Übergang von der ersten

Behandlungsperiode zur zweiten Behandlungsperiode und von der zweiten Behandlungsperiode zur ersten Behandlungsperiode derart gestalten, daß man das Vakuum in jeder Behandlungsperiode schlagartig einstellt. Eine besonders schonende Behandlung des Wickelkörpers bzw. des Haufwerkes ermöglicht jedoch eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei dem das Vakuum in der ersten Behandlungsperiode kontinuierlich in das Vakuum der zweiten Behandlungsperiode und das Vakuum in der zweiten Behandlungsperiode kontinuierlich in das Vakuum der ersten Behandlungsperiode überführt wird, so daß der Druck während der gesamten Behandlung sinusförmig erhöht bzw. abgesenkt wird.

Bezüglich der Verweilzeit bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung ist festzuhalten, daß diese pro Behandlungsperiode jeweils zwischen 10 Sekunden und 160 Sekunden, vorzugsweise zwischen 20 Sekunden und 60 Sekunden, variiert.

Um unerwünschte und unkontrollierte Nebeneffekte, hervorgerufen durch Fremdgase, bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung zu verhindern, empfiehlt es sich, zu Beginn der Niedertemperatur-Plasmabehandlung ein Vakuum bei einem Druck einzustellen, der geringer ist als der Druck während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung. Anschließend führt man, falls erwünscht, ein entsprechendes Gas (reaktionsfähiges Gas und/oder Inertgas) so lange zu, bis der erwünschte Druck für die Niedertemperatur-Plasmabehandlung erreicht ist.

Üblicherweise beträgt die Frequenz bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung zwischen 1 MHz und 20 MHz, wobei vorzugsweise die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einer Frequenz von 13.56 MHz durchgeführt wird.

Darüber hinaus kann man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Niedertemperatur-Plasmabehandlung, die zur Zerstörung des Initiators und damit zur Ausbildung der Radikale und/oder Ionen führt, auch bei einer Frequenz von 27.12, 40.68 und/oder 81.36 MHz durchführen, wobei es jedoch auch möglich ist, während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung die Frequenzen in dem zuvor genannten Bereich zu ändern bzw. auf unterschiedliche Werte im Rahmen der zuvor genannten Werte einzustellen.

Die Leistung, die bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung angewendet wird, variiert zwischen 200 Watt und 600 Watt.

Die Leistungsdichte variiert bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung zwischen 2 W dm^{-3} und 25 W dm^{-3} , wobei sich die Volumenangaben auf das Volumen des jeweils verwendeten Autoklavens beziehen. Vorzugsweise wird jedoch bei dem erfindungsgemäßen Verfahren bei einer Leistungsdichte zwischen 8 W dm^{-3} und 14 W dm^{-3} , insbesondere bei 12.5 W dm^{-3} , gearbeitet.

Besonders gute Ergebnisse erzielt man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren auch mit einer Niedertemperatur-Plasmabehandlung, die bei einer Frequenz von 2.45 GHz, bei einem Druck zwischen 10-1 Pa und 1.000 Pa, vorzugsweise zwischen 70 Pa und 120 Pa, und bei einer Leistungsdichte zwischen 0.1 W dm^{-3} und 5 W dm^{-3} , vorzugsweise zwischen 1.5 W dm^{-3} und 3 W dm^{-3} , durchgeführt wird.

Eine andere, ebenfalls bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß man als physikalische Behandlung, die zu einer Zerstörung des Initiators und zur Ausbildung der Radikale und/oder Ionen führt, eine Corona-Behandlung auswählt.

Vorzugsweise wird diese Corona-Behandlung bei einem Druck durchgeführt, der bei dem Normaldruck und/oder der geringfügig oberhalb und/oder geringfügig unterhalb des Normaldruckes liegt. Somit wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Corona-Behandlung bei einem Druck zwischen $86.659 \times 10^3 \text{ Pa}$ und $133.32 \times 10^3 \text{ Pa}$, vorzugsweise bei einem Druck zwischen $93.325 \times 10^3 \text{ Pa}$ und $113.324 \times 10^3 \text{ Pa}$, durchgeführt.

Besonders gute Ergebnisse im bezug auf den Zerfall des Initiators erzielt man dann, wenn bei der Corona-Behandlung während einer ersten Behandlungsperiode einen Druck zwischen $86.659 \times 10^3 \text{ Pa}$ und $99.99 \times 10^3 \text{ Pa}$ und während einer zweiten Behandlungsperiode einen Druck zwischen $99.99 \times 10^3 \text{ Pa}$ und $133.32 \times 10^3 \text{ Pa}$ einstellt. Dies ist offensichtlich darauf zurückzuführen, daß bei der Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei der die Behandlung des teilen Substrates im Haufwerk bzw. im Wickelkörper erfolgt und anschließend das Haufwerk bzw. der Wickelkörper von einem Gas und/oder einer die vorstehend beschriebenen Substanzen enthaltenden Flüssigkeit durchströmt wird, durch den Druckwechsel der Wickelkörper bzw. das Haufwerk besonders gut und gleichmäßig durchströmt wird. Fölglich hat man dadurch eine gleichmäßige Verteilung der zur Reaktion gebrachten Systeme, so daß die durch das erfindungsgemäße Verfahren herbeigeführten Eigenschaftsveränderungen ebenfalls besonders gleichmäßig sind. Insbesonders schließt sich bei der zuvor beschriebenen Ausführungsform die erste Behandlungsperiode unmittelbar an die zweite Behandlungsperiode an, wobei es sich empfiehlt, diesen Behandlungszyklus, bestehend aus erster und zweiter Behandlungsperiode, mehrfach abwechselnd zu wiederholen.

Wie bereits zuvor bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung beschrieben wurde, kann man den Druckwechsel zwischen der ersten und zweiten Behandlungsperiode auch bei der Corona-Behandlung abrupt durchführen. Hierbei besteht jedoch die Gefahr, daß sich bei dem abrupten Druckwechsel der

Wickelkörper bzw. das Haufwerk in unerwünschter Weise verlegt, so daß insbesondere bei relativ weichen Wickelkörpern bzw. weich gepackten Haufwerken d.h. solchen Wickelkörpern bzw. Haufwerken, bei denen die Shore-Härte gering ist, beim Übergang von der ersten Behandlungsperiode zur zweiten Behandlungsperiode eine kontinuierliche Druckerhöhung und beim Übergang von der zweiten Behandlungsperiode in die erste Behandlungsperiode eine kontinuierliche Druckabsenkung durchgeführt wird. Diese Druckänderung wird dann vorzugsweise sinusförmig ausgeführt, wobei für die erste und zweite Periode jeweils Behandlungszeiten zwischen 10 Sekunden und 160 Sekunden, insbesondere zwischen 20 Sekunden und 60 Sekunden, ausgewählt werden.

Um bei der Corona-Behandlung unerwünschte Fremdeinfüsse, wie beispielsweise von der Luftfeuchtigkeit oder dem textilen Substrat stammender Wasserdampf oder Staubpartikel, die zu einer unkontrollierten, nicht reproduzierbaren Corona-Entladung und somit zu einer unkontrollierten Zersetzung des Initiators führen können, auszuschalten, empfiehlt es sich vor Beginn der Corona-Behandlung einen Druck einzustellen, der geringer ist als der Druck während der Corona-Behandlung. Anschließend wird eine definierte Menge eines Gases (reaktionsfähiges Gas und/oder Inertgas) zur Einstellung des erforderlichen Behandlungsdruckes zugeführt. Hierbei wird vorzugsweise der für die Corona-Behandlung eingesetzte Autoklave auf einen Druck zwischen 1.000 Pa und 10.000 Pa evakuiert, so daß anschließend das jeweilige Gas und ggf. die mit Substanz angereicherte Flüssigkeit das bzw. die den Wickelkörper bzw. das Haufwerk durchströmt, zugeführt werden kann, um so den Druck im Autoklaven auf einen Wert zwischen 86.659×10^3 Pa und 133.32×10^3 Pa einzustellen.

Die bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung bzw. Corona-Behandlung eingesetzten Gase sind bereits vorstehend ausführlich beschrieben worden.

Die Gesamtbehandlungszeit bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung bzw. Corona-Behandlung beträgt abhängig von den gewünschten Eigenschaftsveränderungen, den eingestellten Leistungsdichten den ausgewählten Initiatoren und dem jeweiligen textilen Substrat zwischen etwa zwei Minuten und etwa dreißig Minuten vorzugsweise zwischen etwa fünf Minuten und etwa zwanzig Minuten.

Besonders gute Ergebnisse erzielt man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren, wenn man das textile Substrat als Haufwerk oder als Wickelkörper aufmacht. Diese Verfahrensvariante des erfindungsgemäßen Verfahrens hat sich insbesondere bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung bewährt, da es hierfür nicht erforderlich ist, das jeweils zu behandelnde textile Substrat innerhalb der für die Niedertemperatur-Plasmabehandlung erforderlichen Vakuumkammer umzuwickeln, so daß die ansonsten erforderlichen technischen Einrichtungen dabei entfallen können. Überraschend konnte bei dieser Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei dem das textile Substrat als Haufwerk oder als Wickelkörper aufgemacht ist, festgestellt werden, daß die erzielten Veränderungen sowohl über die Länge des jeweils behandelten textilen Substrates als auch über dessen Dicke bzw. über den Umfang gesehen sehr gleichmäßig waren.

Dies wird darauf zurückgeführt, daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren nur an den Stellen, an denen der Initiator vom textilen Substrat adsorbiert ist, durch die physikalische Behandlung Radikale bzw. Ionen gebildet werden, so daß das eigentliche Garnpolymeren an den Stellen, an denen kein Initiator adsorbiert ist, weitestgehend unverändert bleibt.

Wird das textile Substrat als Wickelkörper aufgemacht und einer Niedertemperatur-Plasmabehandlung bzw. Corona-Behandlung unterworfen, so empfiehlt es sich, hier einen perforierten zylindrischen Wickelkörper auszuwählen, insbesondere eine perforierte Metallhülse.

Eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, die insbesondere zur Einführung von funktionellen (reaktionsfähigen) Gruppen im Garnpolymeren dient, sieht vor, daß das textile Substrat als Haufwerk, nachdem zuvor der Initiator aufgebracht wurde, einer Niedertemperatur-Plasmabehandlung bzw. Corona-Behandlung unterworfen wird. Hierbei wird zusätzlich dieses Haufwerk von einem Inertgas durchströmt bzw. angeströmt. Dieses Inertgas bewirkt, daß im Bereich, in dem der Initiator am textilen Substrat adsorbiert ist, entsprechende Radikale bzw. Ionen ausgebildet werden. Im Anschluß hieran kann sich dann eine entsprechende Umsetzung mit solchen Verbindungen, wie beispielsweise Sauerstoff, Ammoniak, Kohlendioxid oder Schwefeldioxid, anschließen, die dann durch eine einfache chemische Umsetzung, beispielsweise durch eine Behandlung mit Wasser, Säuren oder Laugen, in die entsprechenden funktionellen Gruppen umwandelbar sind. Diese funktionellen Gruppen werden dann zusätzlich am Faserpolymeren ausgebildet und können zur Anbindung von Farbstoffen oder anderen Substanzen, wie beispielsweise herkömmliche Ausrüstungen, dienen. Als Inertgas bzw. Inertgasgemische kommen hierfür vorzugsweise Edelgase und/oder Stickstoff in Frage.

Um die durch das erfindungsgemäße Verfahren erzielten Veränderungen der Eigenschaften besonders gleichmäßig zu gestalten, empfiehlt es sich, insbesondere auch bei sehr dichten Wickelkörpern bzw. Haufwerken, abwechselnd den Wickelkörper bzw. das Haufwerk von innen nach außen und von außen nach innen mit dem Gas (reaktionsfähiges Gas, Inertgas) zu durchströmen.

Grundsätzlich lassen sich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren als textiles Substrat jedes beliebige Ausgangsmaterial, wie beispielsweise Polyamid-, Polyester-, Polypropylen-, Nomex-, Glas-, Poly-acrylnitril-Kohlenstoff- und/oder keramische Fasern, jeweils allein oder in Mischung mit anderen Synthese- und/oder Naturfasern, einsetzen. Ebenfalls kann das erfindungsgemäße Verfahren auch erfolgreich bei Naturfasern wie beispielsweise Wolle, Baumwolle, Jute, o. dgl., angewendet werden.

Besonders vorteilhaft ist es, wenn das erfindungsgemäße Verfahren bei Nähgarnen verwendet wird. Hier konnte festgestellt werden, daß Nähgarne, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt und insbesondere mit den zuvor genannten Substanzen ausgerüstet waren, ein wesentlich besseres Nähverhalten, das sich in einer entsprechend verringerten Garnbruchhäufigkeit sowie in einer höheren Knopflochzahl ausdrückte, aufweisen. Auch konnte durch das erfindungsgemäße Verfahren die Anfärbbarkeit von schwer anfärbbaren Nähgarnen, beispielsweise solchen Garnen, die Aramidfasern, Nomexfasern, und/oder Polyalkylenfasern, insbesondere Polypropylenfasern, aufweisen, erheblich verbessert werden, zumal derartige Nähgarne dann abhängig von der jeweils durch das erfindungsgemäße Verfahren eingeführten funktionellen Gruppen mit basischen Farbstoffen, Säurenfarbstoffen und/oder Reaktivfarbstoffen anfärbbar waren.

Hierbei weisen die zuvor genannten Nähgarne die üblichen Nähgarnkonstruktionen auf, d.h. es handelt sich somit um Coregarne, Multifilamentgarne oder Filament Fasergarne, die ggf. verzweigt waren.

Des Weiteren können diese Nähgarne die an sich bekannte Konstruktion eines verwirbelten Garnes oder eines umspinnenden Garnes aufweisen, wobei der Titer der zuvor genannten Nähgarne in der Größenordnung zwischen 50 dtex x 2 (Gesamttiter 100 dtex) und 1.200 dtex x 3 (Gesamttiter 3.600 dtex) liegt.

Vorteilhafte Weiterbildungen des erfindungsgemäßen Verfahrens sind in den Unteransprüchen angegeben.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird nachfolgend anhand von zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert.

Beispiel 1

Ein Polyestergewebe mit einer Breite von 10 cm und einem Flächengewicht von 140 g m² wurde auf eine perforierte Hülse mit einer Wickelhöhe von 3 cm aufgewickelt. Anschließend wurde der Wickelkörper in eine übliche Laborfärbeanlage eingesetzt und dort mit einer alkoholischen Lösung (Ethanol) von 50 g Benzoylperoxid bei 20 °C während zehn Minuten durchströmt.

Nach schonender Trocknung wurde der Wickelkörper entnommen und in eine Vakuumkammer eingebracht und dort einer Niedertemperatur-Plasmabehandlung unterworfen. Hierbei waren die Bedingungen während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung wie folgt:

35	Druck vor der Niedertemperatur-Plasmabehandlung: Druck während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung: Frequenz Leistungsdichte	5 Pa Abbildung 1 13.56 MHz 8 W dm ³
40	Dauer der ersten und zweiten Behandlungsperiode Gesamtbehandlungsdauer: Gas:	jeweils 40 Sek. 10 Minuten Sauerstoff

Anschließend wurde der so behandelte Wickelkörper auf der Laborfärbearlage mit Wasser durchströmt und danach in üblicher Weise mit einem Reaktivfarbstoff (2 %) eines herkömmlichen Reaktivfarbstoffes (Lovali®) gefärbt.

Die so erstellte Färbung wurde farbmetrisch beurteilt, wobei jeweils Proben aus der unteren Wickellage der mittleren Wickellage und der oberen Wickellage (äußere Wickellage) entnommen wurden. Hier konnte festgestellt werden, daß sowohl visuell als auch farbmetrisch weder Farbtiefe- noch Farbtonunterschiede vorhanden waren.

Ferner wurden die Reibechtheit, die Wasserechtheit (schwere Beanspruchung), die Schweißechtheit und die Waschechtheit gemessen. Keine dieser Echtheiten war zu beanstanden.

Beispiel 2

Ein Nähgarn Nm 25 x 2 aus Aramidfaser wurde auf einer 1 kg Spule aufgewickelt und in einer Laborfärbearlage mit einer 5 %igen Wasserstoffperoxidlösung (30 % Wasserstoffperoxid) bei 25 °C während zehn Minuten behandelt.

15 Anschließend wurde die so behandelte Spule mechanisch entwässert und hiernach schonend getrocknet.

16 Danach wurde die Spule in einen Autoklaven eingebracht und dort einer Niedertemperatur-Plasmabehandlung unter den folgenden Bedingungen unterworfen:

Druck vor der Niedertemperatur-Plasmabehandlung:	5 Pa
Druckverlauf während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung:	Abbildung 1
Frequenz:	13.5 NH ₂
Leistungsdichte:	15 W dm ⁻²
Dauer der ersten und zweiten Behandlungsperiode:	jeweils 40 Sek.
Gesamtbehandlungsdauer:	25 Minuten
Gas:	Amoniak

17 Anschließend wurde die Garnspule aus dem Autoklaven entnommen und in die Laborfärbeanlage überführt. Dort erfolgte zunächst eine Durchströmung des Materials während 2 Minuten bei Raumtemperatur mit Wasser. Hiernach wurde eine konventionelle Färbung mit einem Säurefarbstoff (2 % eines handelsüblichen Säurefarbstoffes) durchgeführt.

18 Von der Spule wurden jeweils Proben aus der inneren Lage, der mittleren Lage und der äußeren Lage entnommen und die Färbung zunächst visuell und farbmétrisch beurteilt. Hierbei konnten keine Farbton- bzw.

19 Farbtiefeunterschiede festgestellt werden.

20 Weiterhin wurde bei den zuvor genannten drei Lagen vergleichende Festigkeitsuntersuchungen durchgeführt, wobei keine Unterschiede in den Festigkeiten zwischen den einzelnen Lagen bestanden. Die Festigkeit nach der Niedertemperatur-Plasmabehandlung und anschließenden Färbung betrug 95 % der Festigkeit des Ausgangsmaterials.

21 Auch die im Beispiel 1 genannten Echtheiten wurden von den nach Beispiel 2 behandelten Nähgarnen bestimmt. Hierbei waren diese Echtheiten ebenfalls zufriedenstellend.

30 Patentansprüche

1. Verfahren zur Veränderung der Eigenschaften eines textilen Substrates, dadurch gekennzeichnet, daß man auf das textile Substrat mindestens einen Initiator, der durch eine physikalische Behandlung in Radikale und oder Ionen zerfällt, aufbringt und daß man gleichzeitig und oder anschließend die physikalische Behandlung durchführt und die hierbei entstehenden Radikale und oder Ionen mit dem textilen Substrat selbst, einer hierauf aufgetragenen Substanz und oder mit einem das textile Substrat umgebenden Gas zur Reaktion bringt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das textile Substrat mit mindestens einem das textile Substrat umgebenden reaktionsfähigen Gas, vorzugsweise O₂, N₂O, O₃, CO₂, NH₃, SO₂, SiCl₄, CCl₄, CF₃Cl, CF₄, CO, Hexamethyldisiloxan, und oder H₂, einem Inertgas, vorzugsweise mindestens einem Edelgas und oder Stickstoff, und oder einem Gemisch der zuvor genannten Gase zur Reaktion bringt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Substanz mindestens eine radikalisch und oder ionisch oligomerisierbare bzw. radikalisch und oder ionisch polymerisierbare Substanz auf das textile Substrat aufbringt.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Substanz aufbringt, die oligomerisierbare und oder polymerisierbare Kohlenwasserstoffe, Kohlenwasserstoff-Copolymerisate, Kohlenwasserstoff-Oligomerisate, Kohlenwasserstoff-Mischoligomerisate, Kohlenwasserstoff-Mischpolymerisate und oder Derivate hiervon umfaßt.
5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß man eine solche Substanz auswählt, die oligomerisierbare und oder polymerisierbare Verbindungen der Acrylsäure, Acrylsäure-Cooligomerisate, Acrylsäure-Copolymerisate, Acrylsäure-Mischoligomerisate, Acrylsäure-Mischpolymerisate und oder Salze und oder Derivate hiervon umfaßt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Substanz auswählt, die oligomerisierbare und oder polymerisierbare Verbindungen von Styrol, seinen Derivaten, Styrol-Cooligomerisate, Styrol-Copolymerisate, Styrol-Mischoligomerisate, Styrol-Mischpolymerisate und oder Salze und oder Derivate hiervon umfaßt.
- 5 7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man einen Initiator auf der Basis eines Persulfates, insbesondere Kaliumpersulfat und oder Ammoniumpersulfat, eines Peroxids, insbesondere Dibenzoylperoxid, Cumolhydroperoxid, Cyclohexanoperoxid, Di-tert-Butylperoxid, Cyclohexylsulfonylacetylperoxid, einer Azoverbindung, insbesondere Azodiisobuttersäuredinitril, und oder einen Initiator auf der Basis von Benzpinakol, Diisopropylpercarbonat und oder tert.-Butylperoctoat auswählt.
- 10 8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man als Initiator ein Redoxsystem, insbesondere Kaliumpersulfat Natriumhyposulfit, Wasserstoffperoxid Eisen-II-Sulfat, Cumolhydroperoxid Polyamin und oder Benzoylperoxid N-Dimethylanilin einsetzt.
- 15 9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man das textile Substrat vor und oder während des Auftragens des Initiators durch Aufbringen eines Quellmittels quillt.
- 20 10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man als physikalische Behandlung eine thermische Behandlung, eine Bestrahlung mit Licht, eine α , β , γ -Bestrahlung und oder eine Behandlung in einem elektrischen Feld auswählt.
- 25 11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Niedertemperatur-Plasmabehandlung als physikalische Behandlung durchführt.
12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einem Druck zwischen 5 Pa und 500 Pa durchführt.
- 30 13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einem Druck zwischen 20 Pa und 300 Pa, vorzugsweise zwischen 70 Pa und 200 Pa, ausführt.
- 35 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß man bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung während einer ersten Behandlungsperiode einen Druck zwischen etwa 5 Pa und etwa 120 Pa, vorzugsweise zwischen etwa 20 Pa und etwa 120 Pa, und während einer sich hieran anschließenden zweiten Behandlungsperiode einen Druck zwischen etwa 80 Pa und etwa 250 Pa, vorzugsweise etwa 100 Pa und etwa 200 Pa, einstellt.
- 40 15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß man die erste Behandlungsperiode unmittelbar an die zweite Behandlungsperiode anschließt.
16. Verfahren nach Anspruch 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß man die erste und zweite Behandlungsperiode mehrfach abwechselnd wiederholt.
- 45 17. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß man beim Übergang von der ersten Behandlungsperiode in die zweite Behandlungsperiode und beim Übergang von der zweiten Behandlungsperiode in die erste Behandlungsperiode den Druck kontinuierlich erhöht bzw. absenkt.
- 50 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß man für die erste und zweite Behandlungsperiode jeweils eine Zeit zwischen 10 Sekunden und 160 Sekunden, vorzugsweise zwischen 20 Sekunden und 60 Sekunden, auswählt.
- 55 19. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß man zu Beginn der Niedertemperatur-Plasmabehandlung einen Druck einstellt, der geringer ist als der Druck während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung, und daß man anschließend ein Gas, insbesondere ein reaktionsfähiges Gas und oder ein Inertgas bis zum Erreichen des erforderlichen Behandlungsdruckes zuführt.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einer Frequenz zwischen 1 MHz und 20 MHz, vorzugsweise bei 13.56 MHz, durchführt.

5 21. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einer Frequenz von 27.12, 40.68 und oder 81.36 MHz durchführt.

10 22. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einer Leistung zwischen 200 W und 600 W durchführt.

15 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einer Leistungsdichte zwischen 2 W dm⁻³ und 25 W dm⁻³ vorzugsweise zwischen 8 W dm⁻³ und 14 W dm⁻³, durchführt.

20 24. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einer Frequenz von 2.45 GHz, bei einem Druck zwischen 10⁻¹ bis 1 000 Pa, vorzugsweise zwischen 70 Pa und 120 Pa, und bei einer Leistungsdichte zwischen 0.1 W dm⁻³ und 5 W dm⁻³, vorzugsweise zwischen 1.5 W dm⁻³ und 3 W dm⁻³, durchführt.

25 25. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß man als physikalische Behandlung eine Corona-Behandlung durchführt.

26. Verfahren nach Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, daß man die Corona-Behandlung bei einem Druck zwischen 86.659 x 10⁻¹ Pa und 133.32 x 10⁻¹ Pa, vorzugsweise bei einem Druck zwischen 33.325 x 10⁻¹ Pa und 113.324 x 10⁻¹ Pa, durchführt.

30 27. Verfahren nach Anspruch 26 dadurch gekennzeichnet, daß man bei der Corona-Behandlung während einer ersten Behandlungsperiode einen Druck zwischen 86.659 x 10⁻¹ Pa und 99.99 x 10⁻¹ Pa und während einer zweiten Behandlungsperiode einen Druck zwischen 99.99 x 10⁻¹ Pa und 113.324 x 10⁻¹ Pa einstellt.

35 28. Verfahren nach Anspruch 27 dadurch gekennzeichnet, daß man die erste Behandlungsperiode unmittelbar an die zweite Behandlungsperiode anschließt.

29. Verfahren nach Anspruch 27 oder 28, dadurch gekennzeichnet, daß man die erste und die zweite Behandlungsperiode mehrfach abwechselnd wiederholt.

40 30. Verfahren nach einem der Ansprüche 27 bis 29, dadurch gekennzeichnet, daß man beim Übergang von der ersten Behandlungsperiode in die zweite Behandlungsperiode und beim Übergang von der zweiten Behandlungsperiode in die erste Behandlungsperiode den Druck kontinuierlich erhöht bzw. absenkt.

45 31. Verfahren nach einem der Ansprüche 27 bis 30, dadurch gekennzeichnet, daß man für die erste und zweite Behandlungsperiode jeweils eine Zeit zwischen 10 Sekunden und 160 Sekunden, vorzugsweise zwischen 20 Sekunden und 60 Sekunden, auswählt.

50 32. Verfahren nach einem der Ansprüche 27 bis 31, dadurch gekennzeichnet, daß man vor Beginn der Corona-Behandlung einen Druck einstellt, der geringer ist als der Druck während der Corona-Behandlung, und daß man anschließend ein Gas bis zum Erreichen des erforderlichen Behandlungsdruckes zufügt.

33. Verfahren nach Anspruch 32, dadurch gekennzeichnet, daß man vor der Corona-Behandlung einen Druck zwischen 1.000 Pa und 10.000 Pa einstellt.

55 34. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 33, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bzw. Corona-Behandlung zwischen zwei Minuten und dreißig Minuten durchführt.

35. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man aus dem textilen Substrat ein Haufwerk oder einen Wickelkörper herstellt und danach die physikalische Behandlung durchführt.

5 36. Verfahren nach Anspruch 35, dadurch gekennzeichnet, daß man das textile Substrat auf eine perforierte Hülse, vorzugsweise eine perforierte Metallhülse, aufwickelt.

10 37. Verfahren nach Anspruch 35 oder 36, dadurch gekennzeichnet, daß man das Haufwerk bzw. den Wickelkörper abwechselnd von außen nach innen und von innen nach außen mit einem reaktionsfähigen Gas und oder einem Inertgas durchströmt.

15 38. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 37, dadurch gekennzeichnet, daß man bei und oder nach der Niedertemperatur-Plasmabehandlung bzw. Corona-Behandlung den Wickelkörper mit gasförmigem Sauerstoff, Kohlendioxid, Schwefeldioxid und oder Ammoniak und anschließend mit Wasser durchströmt und daß so behandelte Material mit Säuren oder basischen Farbstoffen oder Reaktivfarbstoffen färbt bzw. bedruckt.

20 39. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man als textile Substrat ein Nähgarn auswählt.

25 40. Verfahren nach Anspruch 39, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Nähgarn aus Aramidfasern und oder Polyalkylenfasern, insbesondere Polypropylenfasern, kreuzspulartig aufwickelt, anschließend den Initiator gleichmäßig am Nähgarn ad- bzw. absorbiert, die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bzw. Corona-Behandlung durchführt und hiernach das Nähgarn mit einem ionischen Farbstoff färbt.

25

30

35

40

45

50

55

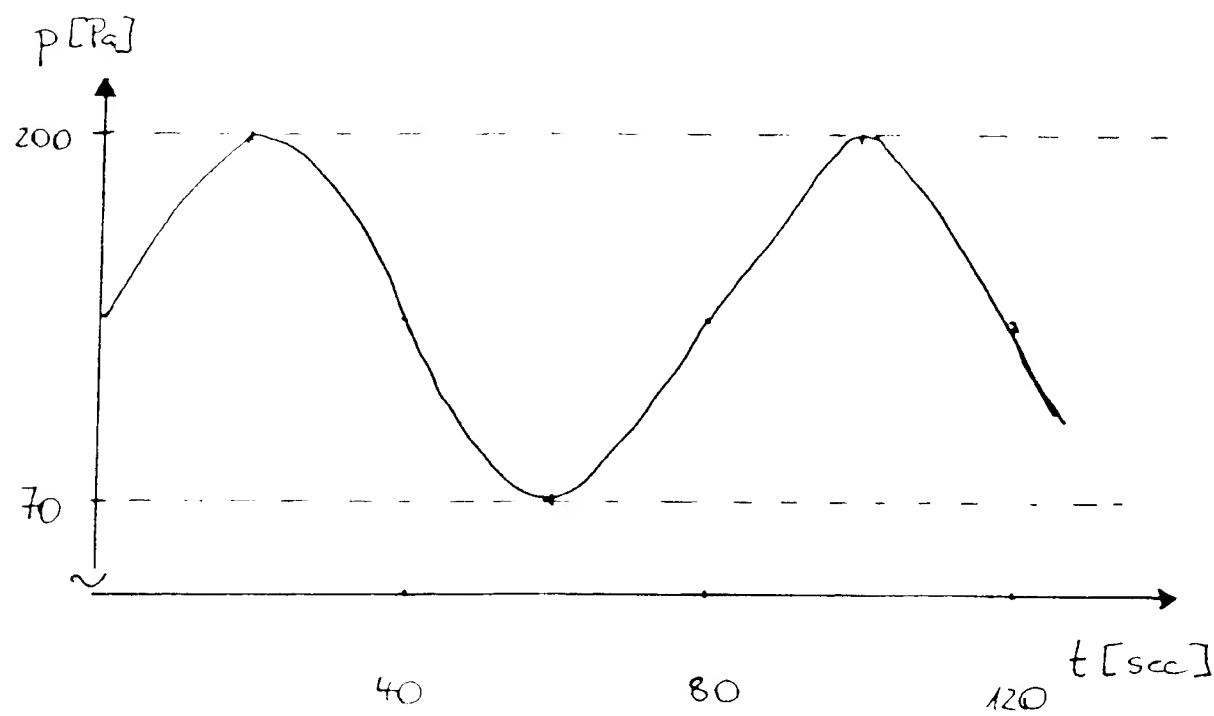
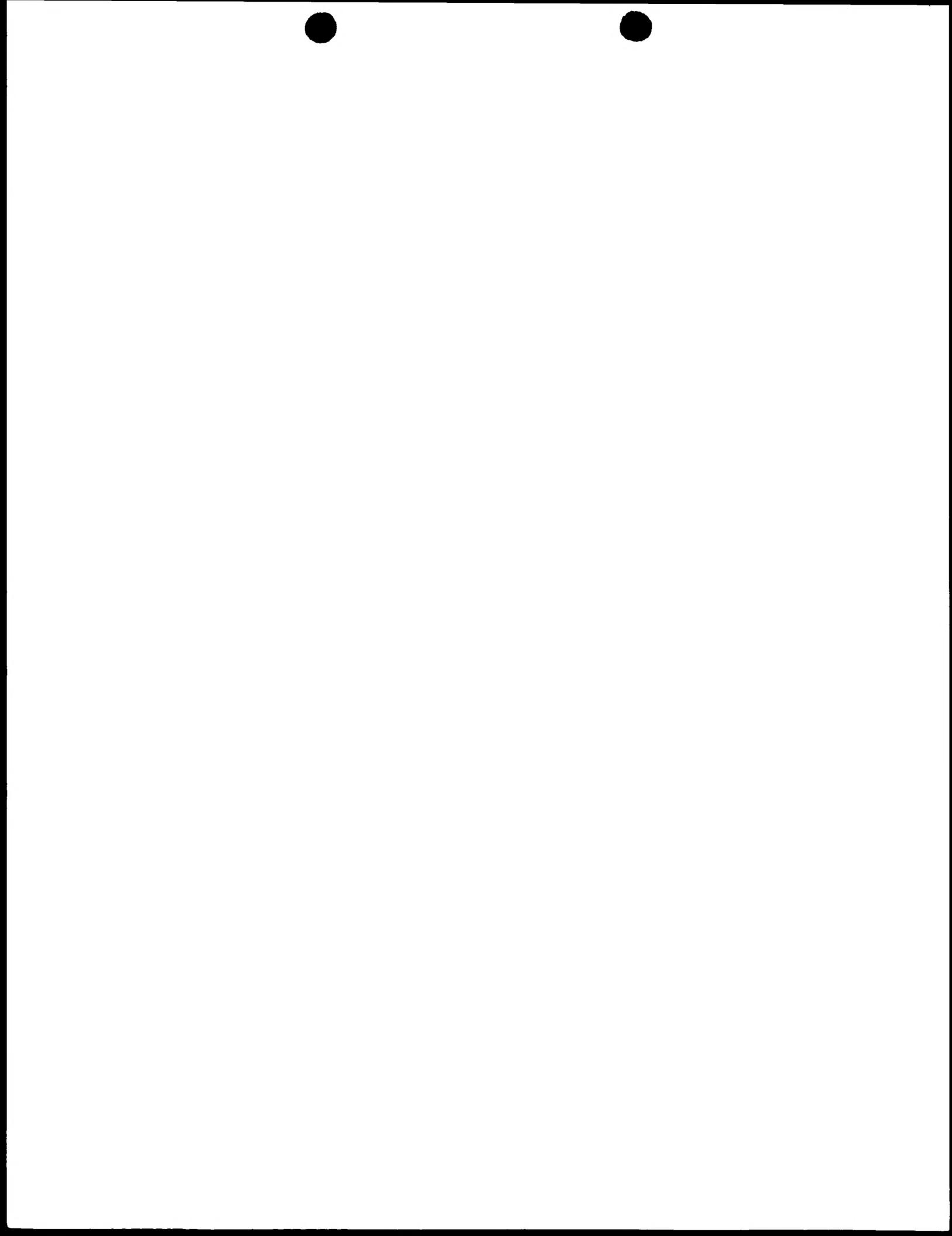


Abb. 1





Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 492 649 A3**



EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

Anmeldenummer: **91122294.1**

Int. Cl. **D06M 10/10, D06M 14/22**

Anmeldetag: **27.12.91**

Priorität: **27.12.90 DE 4041932**
27.12.90 DE 4041931
12.01.91 DE 4100786
12.01.91 DE 4100785
12.01.91 DE 4100787

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
01.07.92 Patentblatt 92/27

Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL

Veröffentlichungstag des später veröffentlichten
Recherchenberichts: **19.05.93 Patentblatt 93/20**

Anmelder: **Amann & Söhne GmbH & Co.**
Postfach 9
W-7124 Bönnigheim(DE)

Erfinder: **Truckenmüller, Kurt**
Quellenstrasse 23
W-7100 Heilbronn(DE)
Erfinder: **Greifeneder, Karl**
Im Stahlbühl 2
W-7100 Heilbronn(DE)

Vertreter: **Fritzsche, Thomas M., Dr.**
Briennner Strasse 52
W-8000 München 2 (DE)

Verfahren zur Veränderung der Eigenschaften eines textilen Substrates.

Es wird ein Verfahren zur Veränderung der Eigenschaften eines textilen Substrates beschrieben. Hierbei bringt man auf das textile Substrat mindestens einen Initiator, der durch eine physikalische Behandlung in Radikale und/oder Ionen zerfällt, auf. Gleichzeitig und/oder anschließend führt man die physikalische Behandlung durch und bringt die hierbei entstehende Radikale und/oder Ionen mit dem textilen Substrat selbst, einer hierauf aufgetragenen Substanz und/oder mit einem das textile Substrat umgebenden Gas zu Reaktion.



Europäisches Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 91 12 2294

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE

Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt

二十一

Recherchenort

Abschlußdatum der Recherche

177

KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE

X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet
 Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie
 A : technologischer Hintergrund
 O : handschriftliche Offenbarung
 P : Zwischenliteratur

I : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze
E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder
nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
D : in der Anmeldung angeführtes Dokument
I : aus andern Gründen angeführtes Dokument
& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes
Dokument